

排石饮液质量标准的研究

刘凯,王清华,冯丹(黑龙江省药品检验所,黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要:目的 建立了排石饮液的质量标准。方法 采用 TLC 对方中的虎杖、白芍和丹参进行鉴别;用高效液相色谱法测定芍药苷的含量。结果 在 TLC 色谱中均能检出虎杖、白芍和丹参;芍药苷的含量限度不低于 0.26 mg/mL。结论 所建立的方法简便可行,重现性好,提供了排石饮液的质量控制方法。

关键词:排石饮液;芍药苷;HPLC;薄层鉴别

中图分类号:R975.5;R927.2

文献标识码:B

文章编号:1007-7693(2004)01-0055-02

Study on quality standards for Paishi Yinye

LIU Kai, WANG Qing-hua, FENG Dan(*Heilongjiang Institute for Drug Control, Haerbin 150001, China*)

ABSTRACT:OBJECTIVE To establish the quality standards for Paishi Yinye. **METHOD** Rhizoma Polygoni Cuspidati, Radix Paeoniae Alba and Radix Salviae Miltiorrhizae in this prescription were identified by TLC. Paeoniflorin was determined by HPLC. **RESULTS** Rhizoma Polygoni Cuspidati, Radix Paeoniae Alba and Radix Salviae Miltiorrhizae could be detected by TLC. The content limit of Paeoniflorin wasn't lower than 0.26 mg/mL. **CONCLUSION** The established methods are simple, feasible and reproducible. This study provides a method for the quality control of Paishi Yinye.

KEY WORDS:Paishi Yinye; paeoniflorin; HPLC; TLC

排石饮液为临床经验方,系由金钱草、白芍、虎杖和茵陈等组成的中药复方制剂,具有清热利湿、理气化淤和利胆排石等作用,主要用于胆结石、泌尿系统结石和胆囊炎等症。分别应用薄层色谱法和高效液相色谱法对该成药进行了定性和定量,为其质量控制提供了依据。

1 仪器和试剂

Waters 2487 - 600 型高效液相色谱仪。虎杖、大黄素、

丹参素钠和芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所)。排石饮液(黑龙江地王药业有限公司生产)。试剂及试药均为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 虎杖

取本品 20 mL,加水 20 mL,混匀,乙醚提取两次,每次 20 mL,合并提取液,挥干,残渣加氯仿 1 mL 使溶解,作为供

作者简介:刘凯(1971~),男,哈尔滨市人,主管药师,黑龙江中医药大学方剂学博士研究生,从事药检监督及药物分析工作。E-mail: karllew@0451.com。电话:0451-3641630-8209。

试品溶液。另按处方量制备除去虎杖的阴性样品,同法制备阴性供试品溶液。另取虎杖对照药材 0.3g,加乙醚 20 mL 超声处理 15 min,滤过,滤液挥干,残渣加氯仿 0.5 mL 溶解,作为对照药材溶液。另取大黄素对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取供试品溶液、阴性供试品溶液及对照药材溶液各 4 μ L,对照品溶液 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材及对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,氨蒸汽熏后变红色。阴性对照无相应的斑点。

2.2 白芍

取虎杖鉴别项下乙醚提取后的水层,用水饱和的正丁醇提取两次,每次 20 mL,合并正丁醇提取液,用氨试液洗涤两次,每次 30 mL,取正丁醇层蒸干,残渣加乙醇 1 mL 溶解,作为供试品溶液。并按处方量制备除去白芍的阴性样品,同法制备阴性供试品溶液。另取芍药苷对照品,加乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇(4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝紫色的斑点。阴性色谱中则无此斑点。

2.3 丹参

取本品 10 mL,加水 5 mL,混匀,稀盐酸调 pH 值至 2,用醋酸乙酯提取两次,每次 10 mL,合并提取液,蒸干,残渣加乙醇 2 mL 溶解,作为供试品溶液。并按处方量制备除去丹参的阴性样品,同法制备阴性供试品溶液。另取丹参素钠对照品,加乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述三种溶液各 3 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-丙酮-甲酸(25:10:4)为展开剂,展开,取出,晾干,用氨蒸气熏 5 min,取出,在室温下放置 1 h 后,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。阴性色谱中则无此斑点。

3 含量测定

3.1 色谱条件

色谱柱:Inertsil ODS-3(5 μ m, 4.6 mm $\times$ 150 mm);流动相:甲醇-水-冰醋酸(25:75:0.2);流速:1 mL/min;检测波长:230 nm;进样量:10 μ L;理论板数按芍药苷峰计算应不低于 1500。

3.2 芍药苷的线性范围及精密度的测定

本对照品溶液浓度:0.010, 0.020, 0.040, 0.080, 0.120 mg/mL。进样量均为 10 μ L,按含量测定方法测定峰面积,

并以峰面积为横坐标,对照品进样量为纵坐标建立标准曲线。得相关系数 $r=0.9999$,线性范围为 0.10 μ g~1.20 μ g。

取浓度为 0.030 mg/mL 的对照品溶液,每次进样量 10 μ L,重复进样 5 次,计算得 $RSD=1.50\%$ 。

3.3 样品的含量测定

精密量取本品 10 mL,置分液漏斗中,加入水 10 mL,用水饱和的正丁醇提取 5 次,依次为 25, 25, 25, 20 和 20 mL,合并正丁醇提取液,再用正丁醇饱和的水 10 mL 洗一次,正丁醇提取液置水浴上蒸干,残渣用水溶解并定量转移至 50 mL 量瓶中,加水至刻度,混匀,精密量取 10 mL,加入聚酰胺柱(14~30 目,柱内径 15 mm,装填 3.5 g,干法装柱),用水洗脱,收集洗脱液 60 mL,置水浴上浓缩,用水定量转移并定容至 25 mL,摇匀,取续滤液为供试品溶液。另取芍药苷对照品,加水制成每 1 mL 含 0.03 mg 的溶液,混匀,为对照品溶液。吸取上述两种溶液各 10 μ L,注入高效液相色谱仪,测定,即得。共测定了 3 批样品,结果分别为 0.30, 0.30, 0.32 mg/mL。

3.4 回收率试验

精密量取已知含量为 0.35 mg/mL 的样品 5 mL,加入浓度为 0.98 mg/mL 的芍药苷对照品溶液 2.0 mL,置分液漏斗中,按“3.3”项下方法测定含量,平均回收率和 RSD 分别为 100.9% 和 2.93%。

3.5 重现性试验

取同一批号样品,按上述方法测定含量,共测定 5 次。其含量测定结果的平均值为 0.35 mg/mL, RSD 3.35%。

3.6 稳定性试验

取“3.3”项中的供试品溶液,室温、密闭放置,于 0, 2, 4, 8, 12 h, 分别进样 10 μ L,以芍药苷峰面积统计, RSD 为 1.16%。同法测定日间差异, $RSD=2.16\%$ ($n=5$)。

4 讨论

4.1 薄层鉴别

除正文中收入的三个薄层鉴别以外,还对处方中金钱草、茵陈等药味进行了薄层鉴别研究。由于有阴性干扰,缺乏专属性,待测成分未检出,或由于工艺的限制等原因,不能达到满意的效果,因而未能列入正文。

4.2 含量测定中提取方法及溶剂的确定

本品中所含的药味较多,白芍的量相对较少,加之口服液中所含的糖份较高,因而造成对所测定的成分干扰因素较多。所以选择先用正丁醇萃取,初步除掉糖份及其他干扰成分的同时,还可起到富集芍药苷的作用。接之过聚酰胺柱,利用其对芍药苷的吸附力弱的特性,通过其吸附作用进一步去除黄酮类等成分,从而最终达到减少干扰,方便所测成分定量的目的。

收稿日期:2002-07-29